

BEST AVAILABLE COPY

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



URZĄD  
PATENTOWY  
RP

OPIS PATENTOWY

151 315

Patent dodatkowy  
do patentu nr: \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 87 04 17 /P. 265243 /

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Int. Cl.<sup>5</sup> C07F 9/09  
C11D 1/34

Zgłoszenie ogłoszono: 88 11 10

Opis patentowy opublikowano: 1991 02 28

Twórcy wynalezku: Alojzy Kłopotek, Beata Barbara Kłopotek

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA NOWYCH ZWIĄZEKÓW POWIERZCHNIOWO CZYNNYCH

Przedmiotem wynalezku jest sposób wytwarzania nowych związków powierzchniowo czynnych o wzorze ogólnym  $[R/CH_2CH(OH)CH_2O/n]_k$  PO/OM<sub>3-k</sub>, w którym k = 1 - 2, n = 1 - 100, M stanowi atom wodoru, atom atomu alkalicznego, grupę aminową, kation mono-, di- lub trietanolaminy, natomiast R oznacza R<sub>1</sub>-O-, gdzie R<sub>1</sub> stanowi alkil C<sub>1</sub> - C<sub>36</sub>, hydroksyalkil C<sub>8</sub> - C<sub>36</sub>, alkilosyryl o 8 do 42 atomach węgla, lub R<sub>2</sub> - O - /C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O/z-, gdzie z = 1 - 50, n = 2 - 4, a R<sub>2</sub> stanowi alkil C<sub>1</sub> - C<sub>24</sub> lub hydroksyalkil C<sub>1</sub> - C<sub>24</sub> lub alkilosyryl o 7 - 42 atomach węgla, lub R<sub>2</sub> - O - /C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/r - /C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O/p-, gdzie r = 1 - 30, p = 1 - 40, a R<sub>2</sub> ma wyżej podane znaczenie, lub R<sub>3</sub> - NH - , gdzie R<sub>3</sub> stanowi alkil C<sub>4</sub> - C<sub>36</sub> lub hydroksyalkil C<sub>4</sub> - C<sub>36</sub>, lub R<sub>3</sub> - N = , gdzie R<sub>3</sub> ma wyżej podane znaczenie, lub R<sub>3</sub> - NH - /C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O/z-, gdzie R<sub>3</sub>, z, n, ma wyżej podane znaczenie, lub R<sub>3</sub> - N - /C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O/x - J<sub>2</sub>, gdzie x = 1 - 25, a R<sub>3</sub>, x ma wyżej podane znaczenie, lub R-COO- lub R<sub>3</sub>-CONH - lub R<sub>3</sub> - CON = lub R<sub>3</sub> - CONHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O - lub R<sub>3</sub>-CONH/C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/z - lub R<sub>3</sub> - CON /CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O/-z lub R<sub>3</sub>-CON - /C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O/x - J<sub>2</sub>, gdzie R<sub>3</sub>, x, z ma wyżej podane znaczenie. Związki według wynalezku nie były dotychczas znane.

Z opisu patentowego nr 3 609 491 Republiki Federalnej Niemiec znane są ziązki o wzorze ogólnym CH<sub>2</sub> - C/R<sub>1</sub>/CO<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>OPO/OR/O<sup>-</sup>M<sup>+</sup>, gdzie R = alkil lub fluorosyryl, R<sub>1</sub> = H, CH<sub>3</sub>, M = H, metyl alkaliczny, grupa aminowa, alkilosyryna lub sól alkanołosyryna. Przykładowy sposób otrzymywanie tych związków przedstawia się następująco: na 700 g monofosforanu dodecylowego dzielano NaOH, aby otrzymać sól jednosodową, na którą następnie dzielano 535 g metakrylenu glicydolu w temperaturze około 70°C w ciągu 20 godzin. Otrzymano 178 g związku o wyżej podanym wzorze, w którym M = Na, R = dodecył, R<sub>1</sub> = CH<sub>3</sub>. Związek ten poddano fotopolimeryzacji w wodzie, używając jako inicjatora steru benzoinoizobutyloowego. Otrzymany polimer wykazuje słabe właściwości powierzchniowo czynne.

Związki o wzorze ogólnym  $R_1R_2NCR / P/O / /OH_2 /_2$ , gdzie R = H, metyl, etyl, fenył,  $CH_2CH_2OH$  lub  $CH_2CO_2H$ ,  $R_1 = H$ , metyl,  $/CH_2/n OH$ ,  $C_3H_7O_2$  lub  $C_3H_5O_3$ ,  $R_2 = /CH_2/n OH$ , znane są z holenderskiego opisu patentowego nr 7 602 477. Przykładowy sposób otrzymywania tych związków jest następujący: na związek o wzorze  $H_2NCH / P/O / /OH_2 /_2$  działało tlenkiem etylenu w obecności  $NaOH$  i otrzymano związek o wyżej podanym wzorze ogólnym, w którym R = H,  $R_1 = H$  lub  $CH_2CH_2OH$ ,  $R_2 = CH_2CH_2OH$ . Otrzymany produkt reakcji wykazuje właściwości kompleksująco, lecz nie wykazuje właściwości piorących i myjących. Ze względu na swoją budowę i właściwości nie może być zaliczony do związków powierzchniowo czynnych.

Z opisu patentowego nr 49 222 Europejskiego Urzędu Patentowego znane są ziązki chemiczne o wzorze ogólnym  $[ /RO /_2P /S /SCH_2CH /OH /CH_2Z /_2]_n Q$ , w którym R stanowi węglowodorowy rdzeń aromatyczny lub alifatyczny  $C_1-C_{22}$ , który może być także podstawiony grupą hydroksylową lub chlorowcem, względnie przerywany mostkami O lub S, Z oznacza  $O_2C_2O$  lub  $/OCHR_1CH_2/m$ , gdzie  $R_1 = H$  lub  $CH_3$ ,  $m = 0 - 30$ ,  $n = 2 - 4$  w zależności od wartościowości Q, natomiast Q oznacza dwu-, trój-, lub czterowartościowy rodnik aromatyczny, aromatyczno-alifatyczny lub alifatyczny, który może być także podstawiony grupą hydroksylową, chlorowcem lub grupą metylową, względnie przerywany mostkami S, O lub NH, natomiast Q może stanowić  $\equiv PO$  lub  $\equiv PS$ , względnie dwuwartościowy rodnik heterocykliczny zawierający N. Należący do tej grupy związek o wzorze  $[ /C_4H_9CH /C_2H_5 /CH_2O /_2P /S /SCH_2CH /OH /CH_2OCH_2 /_2]_2 \equiv CC_2H_5$ , otrzymuje się przez działanie na związek o wzorze  $[ /C_4H_9CH /C_2H_5 /CH_2O /_2]_2 \equiv P /S /-SH-$  rozpuszczony w benzene epoksydem o wzorze  $CH_2 - CHCH_2OCH_2 /_3 CC_2H_5$  w temperaturze  $60^{\circ}C$  w czasie dłuższym od 1,5 godziny. Następnie masę reakcyjną mieszając ją jeszcze w temperaturze  $80 - 90^{\circ}C$  przez 2 godziny. Otrzymany w ten sposób związek może być stosowany jako dodatek do olejów smarowych.

Sposób wytwarzania według wynalezku nowych związków powierzchniowo czynnych o wzorze ogólnym  $[ R /CH_2CHONCH_2O /_n ]_k PO /OM /_{3-k}$ , w którym k = 1 - 2, n = 1-100, M stanowi atom wodoru, atom metalu alkalicznego, grupę amonową, kation mono-, di- lub trietanoloaminy, natomiast R oznacza  $R_1 = O -$ , gdzie  $R_1$  stanowi alkil  $C_1 - C_{36}$ , hydroksyalkil  $C_8 - C_{36}$ , alkiloseryl o 8 - 42 atomach węgla, lub  $R_2 = O - /C_mH_{2m}O /_z -$ , gdzie z = 1 - 50, m = 2 - 4, a  $R_2$  stanowi alkil  $C_1 - C_{24}$  lub hydroksyalkil  $C_1 - 24$  lub alkiloseryl o 7 - 42 atomach węgla, lub  $R_2 = O - /C_2H_4O /_r - /C_3H_6O /_p -$ , gdzie r = 1 - 30, p = 1 - 40, a  $R_2$  ma wyżej podane znaczenie, lub  $R_3 = NH -$ , gdzie  $R_3$  stanowi alkil  $C_4 - C_{36}$  lub hydroksyalkil  $C_4 - C_{36}$ , lub  $R_3 = N -$ , gdzie  $R_3$  ma wyżej podane znaczenie, lub  $R_3 = NH - /C_mH_{2m}O /_z -$ , gdzie  $R_3$ , z, m mają wyżej podane znaczenie, lub  $R_3 = N /C_mH_{2m}O /_x ]_2$ , gdzie x = 1 - 25, a  $R_3$ , z, m mają wyżej podane znaczenie, lub  $R_3 = COO -$  lub  $R_3 = CONH -$  lub  $R_3 = CON -$  lub  $R_3 = CONHCH_2CH_2O -$  lub  $R_3 = CONH /C_2H_4O /_z -$  lub  $R_3 CON /CH_2CH_2O /_2$  lub  $R_3 = CON /C_2H_4O /_x - ]_2$ , gdzie  $R_3$ , x, z mają wyżej podane znaczenie, polega na tym, że w środowisku bezwodnym i bez rozpuszczalnika organicznego lub w obojętnym rozpuszczalniku organicznym na związek o wzorze ogólnym  $RH_k$ , gdzie R, k mają wyżej podane znaczenie, działa się w obecności lub bez obecności katalizatora 2,3-epoksypropenolem-1, następnie  $P_2O_5$  lub  $P_2O_5$  rozpuszczony w  $H_3PO_4$ , a otrzymane estry kwasu fosforowego nie zubożniają się lub neutralizują się wodorotlenkiem metalu alkalicznego lub amonu, względnie mono-, di- lub trietanoloaminy. Jako katalizatory esteryfikacji, esteryfikacji i poliaddycji glicydolu stosuje się kwasы lub zasady lub sole metali, natomiast jako katalizatory esteryfikacji pięciotlenkiem fosforu w stanie wolnym lub rozpuszczony w kwasie fosforowym stosuje się kwasы organiczne i nieorganiczne oraz monoskilonfosforany. Jako rozpuszczalniki obojętnych używa się benzenu i jego pochodnych, węglowodorów alifatycznych o temperaturach wrzenia 363 - 423 K, ketonów i estrów.

Otrzymane według wynalezku nowe związki powierzchniowo czynne ulegają w roztworach wodnych dysocjacji na aniony hydrofobowo-hydrofilowe, decydujące o ich aktywności powierzchniowej i dające związki te należą do grupy anionowych związków powierzchniowo czynnych. Ich właściwości fizykochemiczne i użytkowe zależą od ich budowy chemicznej, a szczególnie od wzajemnego stosunku reszty hydrofobowej do grup hydrofilowych, tj. od współczynnika MW. Związki według wynalezku w roztworach wodnych silnie obniżają napięcie powierzchniowe na granicy

granicy fazy stałej i ciekłej oraz na granicy trzech faz dając niskie wartości kąta granicznego, a więc bardzo dobrą zwilżalność ciepł stałych. Związków według wynalezku charakteryzuje się dobrymi właściwościami piorącymi, myjącymi, kompleksującymi w stowarzyszeniu do jonów metali wytwarzających tzw. twardeści wody, inhibitory korozji, antyelektrostatycznymi, zmiękczającymi, emulgującymi, dyspergującymi, stabilizującymi w odniesieniu do nadtlenku wodoru, ochronnymi i innymi.

Nowe związków powierzchniowo czynne według wynalezku mogą być stosowane pojedynczo lub w kompozycji z innymi substancjami jako środki piorące, myjące, zwilżające, inhibitory korozji, sekwestranty, zmiękczače wody i wyrobów włókienniczych, antyelektrostatyki, emulgatory, dyspergatory i wielofunkcyjne dodatki do innych środków, gdzie istotną rolę odgrywają ich właściwości fizykochemiczne i cechy użytkowe.

Przedmiot wynalezku przedstawiono w poniższych przykładach wykonania.

P r z y k ł a d I. Do reaktora kwasoodpornego wyposażonego w mieszadło mechaniczne, elementy grzewczo-chłodnicze, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotną i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny  $N_2$  lub  $CO_2$  wprowadza się 3 mole dokoszanolu - 1. Zawartość reaktora w obecności azotu ogrzewa się do temperatury 358 - 363 K i mieszając dozuje się do niego w czasie 2 godzin 6 moli 2,3-epoksypropanolu-1, utrzymując temperaturę egzotermicznej reakcji w granicach nieprzekraczających 373 K. Po zakończeniu dozowania 2,3-epoksypropanolu-1 /glicydolu/ zawartość reaktora mieszczą się jeszcze przez jedną godzinę, a następnie dozuje do niego w temperaturze 368 - 373 K 1 mol pięciotlenku fosforu, z taką szybkością, aby kolejna porcja była wprowadzona dopiero po dokładnym wymieszaniu poprzedniej oraz aby temperatura reakcji nie przekraczała 393 K, co trwa około 1 godziny.

Po wprowadzeniu całej ilości  $P_2O_5$ , przy włączonym mieszadle i przepływie azotu, proces syntezu esteru kwasu fosforowego w temperaturze 373 - 383 K prowadzi się jeszcze przez 4 godziny. Po upływie tego czasu zawartość reaktora chłodzi się do temperatury niższej od 323 K i dozuje stopniowo 3 mole NaOH w formie 45% wodnego roztworu. W wyniku przeprowadzonego procesu syntezu otrzymuje się z wydajnością ponad 98% 1 mol soli sodowej monosteru kwasu fosforowego o wzorze  $C_{22}H_{45}O \cdot /CH_2CH(OH)CH_2O/_3 PO /ONa/$  i 1 mol soli sodowej diestru kwasu fosforowego o wzorze  $\{C_{22}H_{45}O \cdot /CH_2CH(OH)CH_2O/_3\}_2 PO/ONa/$ .

Otrzymane mieszanki związków bez rozdzielenia może być stosowana jako składnik środków piorących, myjących, czyszczących, antyelektrostatycznych, zmiękczających, inhibitorów korozji i innych.

P r z y k ł a d II. Do reaktora ze stali kwasoodpornej zapatrzonego w element grzewczo-chłodniczy, termometr, mieszadło mechaniczne i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny / $CO_2$  lub  $N_2$ / wprowadza się 6 moli nonylofenolu. Mieszając zawartość reaktora w obecności dwutlenku węgla ogrzewa się do temperatury 343 K i dozuje do niego w czasie 1,5 godziny 6 moli 2,3-epoksypropanolu-1. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicach 353 - 363 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu i pośrednio chłodzenie zawartości reaktora wodą. W przypadku nagłego wzrostu temperatury do ponad 373 K do reaktora wprowadza się bezpośrednio niewielką ilość wody, która hamuje lub zatrzymuje proces esteryfikacji nonylofenolu na drodze zamiany 2,3-epoksypropanolu i na propeno-1,2,3-triol. Po wprowadzeniu całej ilości glicydolu proces esteryfikacji prowadzi się jeszcze przez 2,5 godziny. Następnie mieszając zawartość reaktora za pomocą mieszadła mechanicznego oraz bełkotki z dwutlenkiem węgla wprowadza się 0,1 mola kwasu p-toluenosulfonowego i  $P_2O_5$  rozpuszczony w 85% wodnym roztworze  $H_3PO_4$  w taki ilości, która daje 2 mole kwasu trójpolifosforowego  $/P_2O_5 + H_3PO_4 + H_2O = H_6P_3O_{10}/$ . Proces esteryfikacji prowadzi się w temperaturze 373 - 383 K przez 6 godzin. Regulację temperatury prowadzi się przez odpowiednie chłodzenie reaktora. Otrzymany z wydajnością ponad 95% monoster kwasu fosforowego i esteru nonylofenyloglicerynowego o wzorze  $C_{9}H_{19} - C_6H_4 - O - CH_2CH(OH)CH_2OPO /OH/$  może być stosowany jako podstawowy składnik kwasowych środków piorących, środków do usuwania kamienia wodnego, klecznego i moczowego w instalacjach oraz urządzeniach przemysłowych, komunalnych i w gospodarstwach domowych, gdyż wykazuje jednocześnie właściwości myjące, kompleksujące, inhibitory, zwilżające i penetrujące, w wyniku czego następuje rozpuszczenie różnego typu osadów w postaci tzw. kamieni.

**P r z y k l a d III.** Do reaktora ze stali kwasoodpornej zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, belkotkę doprowadzającą gaz obojętny, termometr, dozownik i chłodnicę zwrotną wprowadza się 9 moli oksytylerowanego i oksypropylenowanego nonylofenolu o średniej masie cząsteczkowej odpowiadającej wzorowi  $C_9H_{19}-C_6H_4-O-C_2H_4O/8-C_3H_6O/7-H$ . W obecności obojętnego gazu zawartość reaktora mieszana się i ogrzewa do temperatury 323 K. Następnie w czasie 2 godzin do reaktora wkrapla się 18 moli 2,3-epoksipropanolu-1 utrzymując przez odpowiednią szybkość dozowania i chłodzenie reaktora temperaturę egzotermicznej reakcji esteryfikacji i poliaddycji w granicach nie przekraczających 368 K. Po wprowadzeniu całej ilości glicydolu proces prowadzi się jeszcze w tej samej temperaturze przez 2 godziny, a następnie wprowadza się do reaktora stopniowo pięciotlenek fosforu rozpuszczony w 85 % kwasie ortofosforowym w ilości odpowiadającej 3 moliom kwasu trójpolifosforowego. Temperaturę egzotermicznej reakcji esteryfikacji prowadzi się w granicach nie przekraczających 403 K w obecności dwutlenku węgla przez 4,5 godziny. Z kolei zawartość reaktora chłodzi się do temperatury 313 - 323 K i dodaje 9 moli trietenoloaminy. Z wydajnością ponad 98% otrzymuje się sól trietenoloaminoową monoestru kwasu fosforowego i poliglicydolopoliksypropylenowopoliksyetyleno-nonylofenolu o średniej masie cząsteczkowej odpowiadającej wzorowi  $C_9H_{19}-C_6H_4-O-C_2H_4O/8-C_3H_6O/7-CH_2CH(OH)CH_2O/2-PO(OH)2N/CH_2CH_2OH/3$ .

Otrzymany produkt wykazuje bardzo dobrze właściwości zwilżające, antyelektrostatyczne, zmniejszające wodę i wyroby włókiennicze, antykorozjne i ochronne na skórę. Może być stosowany jako cenny składnik ciekłych środków piorących, myjących, antyelektrostatycznych, zwilżających, środków do usuwania kamienia wodnego i ślecznego, środków do czyszczenia dywanów, dywanów wykładzin podłogowych i obić tapicerskich.

**P r z y k l a d IV.** Do reaktora kwasoodpornego wyposażonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotną i belkotkę doprowadzającą gaz obojętny  $/CO_2$  lub  $N_2$ / wprowadza się 6 moli heksatriakontanoaminy i 30 moli toluenu z zdyspergowaną w nim 0,1 mola KOH. Zawartość reaktora mieszana się za pomocą mieszadła mechanicznego i belkotki z dwutlenkiem węgla oraz ogrzewa do temperatury 313 K. Następnie wkrapla się stopniowo w czasie 2 godzin 90 moli 2,3-epoksipropanolu-1. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicach 358 - 363 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu oraz intensywność chłodzenia reaktora. Po wkroleniu całej ilości glicydolu masę reakcyjną mieszana się jeszcze przez 1,5 godziny i wprowadza stopniowo w czasie 2 godzin 2 moły  $P_2O_5$  zdyspergowanego w 10 molecm toluenu oraz 0,2 mola soli sodowej fosforenu monoaktydycyloowego. Zawartość reaktora w obecności gazu obojętnego mieszana się jeszcze przez 4 godziny w temperaturze nie przekraczającej 368 K. Z kolei zawartość reaktora chłodzi się do temperatury 308 - 318 K i w tej temperaturze zubożała za pomocą zdyspergowanego w toluenie KOH do pH = 7. Z otrzymanego produktu odpędza się pod zmniejszonym ciśnieniem rozpuszczalnik - toluen. Z wydajnością ponad 97% otrzymuje się produkt będący mieszaniną soli potasowych mono- oraz diestrów kwasu fosforowego i poliglicydolowych pochodnych heksatriakontanoaminy. Produkt może być stosowany bezpośrednio lub w kompozycji z innymi substancjami jako wielofunkcyjny składnik środków piorących, pomocniczych do prania, myjących, czyszczących, emulgujących, dyspergujących i antykorozjnych.

**P r z y k l a d V.** Do reaktora ze stali kwasoodpornej zaopatrzonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotną i belkotkę doprowadzającą gaz obojętny  $/N_2$  lub  $CO_2$ / wprowadza się 3 moły kwasu rycynowego o wzorze  $CH_2/CH_2/CHOMCH_2CH=CH/CH_2/COOH$ . Mieszając zawartość reaktora ogrzewa się w atmosferze gazu obojętnego do temperatury 313 K i w czasie 3 godzin dozuje się 210 moli 2,3-epoksipropanolu - 1. Temperaturę egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicach 343 - 363 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu i efektywność chłodzenia. Po wprowadzeniu całej ilości glicydolu proces syntezy prowadzi się jeszcze przez 0,5 godziny, a następnie wprowadza się do reaktora pięciotlenek fosforu rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej 1 molowi kwasu trójpolifosforowego oraz 0,1 mola kwasu p-toluenosulfonowego. Proces katalitycznej esteryfikacji prowadzi się w temperaturze 363 - 363 K w atmosferze gazu obojętnego przez 4 godziny. Następnie zawartość reaktora chłodzi się do temperatury 308 - 318 K i zubożała za

pomocę 20% wodnego roztworu  $\text{Na}_4\text{OH}$  do  $\text{pH} = 7,0 - 8,0$ .

Otrzymany z wydajnością ponad 99% produkt może być bez oczyszczania stosowany jako składnik środków piorących, myjących i czyszczących.

Przykład VI. Do reaktora kwasoodpornego wyposażonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotną i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny / $\text{CO}_2$  lub  $\text{N}_2$ / wprowadza się 1 mol amidu kwasu sterynowego o wzorze  $\text{CH}_3/\text{CH}_2/\text{CH}_2/\text{CONH}_2$  oraz 500 g benzyny laskowej i zdyspergowanej w niej 10 g  $\text{NaOH}$ . Zawartość reaktora mieszana się w obecności gazu obojętnego i stopniowo wprowadza 1 mol 2,3-epoksypropenolu-1, utrzymując temperaturę egzotermicznej reakcji w granicach nie przekraczających 363 K. Po zakończeniu dozowania glicydolu, zawartość reaktora mieszana się jeszcze przez 2 godziny, a następnie dodaje  $\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$  rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej 1 molowi  $\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ . Proces esteryfikacji prowadzi się przez 3 godziny w temperaturze nie przekraczającej 373 K. Następnie zawartość reaktora chłodzi się do temperatury niższej od 323 K i zubożnia otrzymany monoester kwasu ortofosforowego 4 molami monoestanolosminy. Następnie pod zmniejszonym ciśnieniem odpadza się rozpuszczalnik organiczny. W wyniku przeprowadzonego trójstadiowego procesu syntezы otrzymuje się z wydajnością ponad 97% anionowy związek powierzchniowo czynny o średnim ciężarze cząsteczkowym odpowiadającym wzorowi  $\text{CH}_3/\text{CH}_2/\text{CH}_2/\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O-PO/CONH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}/_2$ .

Otrzymany produkt wykazuje dobra właściwości ochronne względem skóry ludzkiej, w stosunku do materiałów konstrukcyjnych mytych i czyszczonych powierzchni oraz wysoką zdolność do obniżania oporności właściwą pranych w nim wyrobów z włókien syntetycznych i mieszanych.

Przykład VII. Do reaktora ze stali kwasoodpornej zapatrzonego w mieszadło mechaniczne, element grzewczy, płaszcz chłodniczy, termometr, dozownik, chłodnicę zwrotną i bełkotkę doprowadzającą gaz obojętny / $\text{CO}_2$  lub  $\text{N}_2$ / wprowadza się 700 kg monoestanolosmidów kwasów oleju koksowego - bezwodnych lub o zawartości wody mniejszej od 0,4% węg. i 10 kg kwasu fosforowego. Mieszając zawartość reaktora podgrzewa się do temperatury 313 K w obecności gazu obojętnego i -kropla w czasie 2 godzin 300 kg 2,3-epoksypropenolu-1. Temperatura egzotermicznej reakcji utrzymuje się w granicach 348 - 358 K przez odpowiednią szybkość dozowania glicydolu i efektywne chłodzenie reaktora. Po wniknięciu całej ilości glicydolu, zawartość reaktora w atmosferze szotu mieszana się jeszcze przez 2 godziny, a następnie w tej samej temperaturze wprowadza się pięciotlenek fosforu rozpuszczony w kwasie fosforowym w ilości odpowiadającej 260 kg  $\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ . Proces esteryfikacji prowadzi się przez 4 godziny, a następnie zawartość reaktora chłodzi się do temperatury niższej od 323 K i zubożnia masę porekcyjną 40% wodnym roztworem  $\text{NaOH}$  do  $\text{pH} = 8 - 9$ . Łączna wydajność procesu syntezы anionowych związków powierzchniowo czynnych, wyliczona z bilansu masowego oraz oznaczenia liczby hydroksylowej, grup epoksydowych i liczby kwasowej wynosi ponad 96%. Produkt stanowi mieszanie związków chemicznych odpowiadających w przybliżeniu ogólnemu wzorowi  $\text{RCOIM} - \text{CH}_2\text{CH}_2\text{O} - / \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{O}/_2 - \text{PO}/\text{DNa}/_2$ , gdzie R stanowi rodnik węglowodorowy kwasów oleju koksowego.

Produkt bez oczyszczania może być stosowany pojedynczo lub w kompozycji z innymi substancjami jako środek piorący, myjący, antyelektrostatyczny, antykorozyjny, ochronny, zmęczający wodę i tkaniny.

#### Z a s t r z e z e n i e p a t e n t o w e

1. Spodek wytwórzania nowych związków powierzchniowo czynnych z wzoru ogólnego /  $\text{R}/\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{C}/_n/\text{k}$   $\text{PO}/\text{OM}/_3\text{-k}$ , w którym  $k = 1-7$ ,  $n = 1-100$ , M sterowi atom wodoru, atom metalu alkalicznego, grupą aminową, kation mono-, di- lub trietanolosminy, natomiast R oznacza  $\text{R}_1 = \text{O} -$ , gdzie  $\text{R}_1$  stanowi alkil  $\text{C}_1 - \text{C}_{30}$ , hydroksyalkil  $\text{C}_8 - \text{C}_{30}$ , alkilosaryl o 8-42 atomach węgla, lub  $\text{R}_2 = \text{O} - / \text{C}_{2n}\text{H}_{2n}\text{O}/_z -$ , gdzie z = 1 - 50, n = 2 - 4, a  $\text{R}_2$  stanowi alkil  $\text{C}_1 - \text{C}_{24}$  lub hydroksyalkil  $\text{C}_1 - \text{C}_{24}$  lub alkilosaryl o 8 - 42 atomach węgla, lub  $\text{R}_2 = \text{O} - / \text{C}_{2n}\text{H}_{2n}\text{O}/_r - / \text{C}_{30}\text{H}_{60}/_p -$ , gdzie r = 1 - 10, p = 1 - 40, a  $\text{R}_2$  ma wyżej podane znaczenie, lub  $\text{R}_3 = \text{NH} -$ , gdzie  $\text{R}_3$  stanowi alkil  $\text{C}_4 - \text{C}_{30}$  lub hydroksyalkil  $\text{C}_4 - \text{C}_{30}$ , lub  $\text{R}_3 = \text{Na}$ , gdzie  $\text{R}_1$  na wyżej podane

$\text{R}_3\text{CONH}-$  lub  $\text{R}_3\text{CON=}$  lub  $\text{R}_3=\text{CONHCH}_2\text{CH}_2\text{O}-$  lub  $\text{R}_3=\text{CONH/C}_2\text{H}_4\text{O/}_x$  - lub  $\text{R}_3=\text{CON/C}_2\text{H}_2\text{CH}_2\text{O-}/_2$  lub  $\text{R}_3\text{CONH/C}_2\text{H}_4\text{O/}_x$  -  $\text{J}_2$ , gdzie  $\text{R}_3$ ,  $x$ , z mają wyżej podane znaczenie, lub  $\text{R}_3=\text{COO-}$  lub  $\text{R}_3\text{CONH-}$ , ze w środowisku bezwodnym i bez rozpuszczalnika organicznego lub w obojętnym rozpuszczalniku organicznym na związki o wzorze ogólnym  $\text{RH}_k$ , gdzie  $\text{R}$ ,  $k$  mają wyżej podane znaczenie, działa się w obecności lub bez obecności katalizatora 2,3-epoksypropanolem-1, następnie  $\text{P}_2\text{O}_5$  lub  $\text{P}_2\text{O}_5$  rozpuszczony w  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , a otrzymane estry kwasu fosforowego nie zabolętnia się lub neutralizuje się wodorotlenkiem metalu alkalicznego lub amonu, względnie mono-, di- lub trietanolaminy.

2. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y t y m, że jako katalizatory esteryfikacji, esteryfikacji i poliaddycji glicydolu stosuje się kwasы lub zasady lub sole metali.

3. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y t y m, że jako katalizatory esteryfikacji pięciotlenkiem fosforu w stanie wolnym lub rozpuszczonym w kwasie fosforowym stosuje się kwasы organiczne i nieorganiczne oraz monoalkilofosforany.

4. Sposób według zastrz.1, z n a m i e n n y t y m, że jako obojętnie rozpuszczalniki organiczne stosuje się benzen i jego pochodne, węglowodory silikatyczne o temperaturach wrzenia 363 - 423 K, ketony i estry.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

**BLACK BORDERS**

**IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

**FADED TEXT OR DRAWING**

**BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

**SKEWED/SLANTED IMAGES**

**COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

**GRAY SCALE DOCUMENTS**

**LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

**REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

**OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**